

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y 101515

**Patent dodatkowy
do patentu _____**

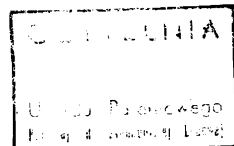
Zgłoszono: 22.04.76 (P. 188975)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 07.11.77

Opis patentowy opublikowano: 20.04.1979

Int. Cl². C07C 145/00



Twórcy wynalazku: Bolesław Fleszar, Wawrzyniec Podkościelny, Jan Kowalski,
Mieczysław Podgórski, Przemysław Sanecki, Jolanta Płoszyńska

Uprawniony z patentu: Politechnika Rzeszowska im. Ignacego Łukasiewicza, Rzeszów;
Ośrodek Badawczo-Rozwojowy Przemysłu Siarkowego „Siarkopol”,
Machów (Polska)

Sposób otrzymywania soli sodowej kwasu 4,4'-dwusulfinodwufenyloeterowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania soli sodowej kwasu 4,4'-dwusulfinodwufenyloeterowego przez redukcję 4,4'-dwusulfochlorodwufenyloeteru.

Sole kwasów sulfinowych są najczęściej otrzymywane przez redukcję odpowiednich sulfochlorków pyłem cynkowym. Stosowane są również metody elektrochemiczne. Technologie z zastosowaniem pyłu cynkowego są uciążliwe. Spowodowane jest to tym, że w wielu przypadkach sole cynkowe kwasów sulfinowych są związkami trudnorozpuszczalnymi. W związku z powyższym, po procesie redukcji sulfochlorku należy wytworzony sulfinian izolować z osadu, będącego mieszaniną nieprzereagowanego pyłu cynkowego, sulfochloru i sulfinianu cynkowego. Proces ten jest uciążliwy, a w celu otrzymania soli o odpowiednim stopniu czystości należy przeprowadzić kilkakrotną krystalizację.

Sposób otrzymywania soli sodowej kwasu 4,4'-dwusulfinodwufenyloeterowego przez redukcję 4,4'-dwusulfochlorodwufenyloeteru według wynalazku polega na tym, że redukcję prowadzi się w temperaturze 60–100°C i doprowadza podczas całego procesu pH mieszaniny reakcyjnej do wartości 7–12,5, stosując do redukcji 4,4'-dwusulfochlorodwufenyloeteru siarczyn sodowy.

W wyniku zastosowania wynalazku uzyskano znaczne skrócenie czasu cyklu produkcyjnego oraz zwiększenie stopnia czystości uzyskiwanego produktu.

Dla lepszego zobrazowania wynalazku przedstawiono go w przykładowym wykonaniu.

P r z y k ł a d. W celu otrzymania soli sodowej kwasu 4,4'-dwusulfinodwufenyloeterowego sposobem według wynalazku, do reaktora o pojemności 10 l zaopatrzonego w chłodnicę zwrotną, mieszało, płaszcz grzejno-chłodzący i termometr wprowadza się 0,367 kg 4,4'-dwusulfochlorodwufenyloeteru, 0,277 kg siarczynu sodowego i 3,5 kg wody. Zawartość reaktora ogrzewa się do temperatury 80°C i przez okres 2 godzin prowadzi się proces redukcji. W czasie prowadzenia procesu redukcji kontroluje się pH mieszaniny reakcyjnej, które utrzymuje się w granicach 7,5–9,5. Regulację pH mieszaniny reakcyjnej prowadzi się przez wprowadzanie do

układu stałego węglanu sodowego. Po zakończonym procesie redukcji zawartość mieszaniny reakcyjnej odwirowuje się, a otrzymany roztwór zatęża do momentu zmniejszenia początkowej objętości o 40%. Po ochłodzeniu roztworu do temperatury $15\pm 5^{\circ}\text{C}$ wytrącony osad odwirowuje się i rozpuszcza w 1,5 kg gorącej wody. Otrzymany roztwór zatęża się do zmniejszenia początkowej objętości o 60%, a następnie ochładza do temperatury $15\pm 5^{\circ}\text{C}$. Wytrącony osad odwirowuje się i suszy do stałej masy w temperaturze $25\pm 5^{\circ}\text{C}$ pod ciśnieniem 100–400 mmHg.

Postępując w sposób przedstawiony w przykładzie, otrzymuje się 0,213 kg produktu finalnego, zawierającego minimum 98% głównego składnika.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania soli sodowej kwasu 4,4'-dwusulfinodwufenyloeterowego przez redukcję 4,4'-dwusulfochlorodwufenyloeteru, z n a m i e n n y t y m, że redukcję prowadzi się w temperaturze $60\text{--}100^{\circ}\text{C}$ i doprowadza podczas całego procesu pH mieszaniny reakcyjnej do wartości 7–12,5, stosując do redukcji 4,4'-dwusulfochlorodwufenyloeteru siarczyn sodowy.